

## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCI)

١	(51) Classification internationale des brevets <sup>5</sup> :	İ	(1	1) Numéro de publication internationale: WO 94/25406
	C03C 1/00, C03B 8/02	A1	(4	3) Date de publication internationale: 10 novembre 1994 (10.11.94)
	21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR94/00513 22) Date de dépôt international: 4 mai 1994 (04.05.94)		(81) Etats désignés: IP, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).	
	(30) Données relatives à la priorité: 93/05301 4 mai 1993 (04.05.93)	1	FR	Publiée  Avec rapport de recherche internationale.
(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ES- SILOR INTERNATIONAL (COMPAGNIE GENERALE D'OPTIQUE) [FR/FR]; 147, rue de Paris, F-94220 Charenton-le-Pont (FR).				
(72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): CHAPUT, Frédéric [FR/FR]; 8, avenue Nationale, F-91300 Massy (FR). GACOIN, Thierry [FR/FR]; 32, rue de Belleville, F-91190 Gif-sur-Yvette (FR). BOILOT, Jean-Pierre [FR/FR]; 20, avenue de Lattre de Tassigny, F-92360 Meudon-la-Forêt (FR).				
	(74) Mandataire: BUREAU D.A.CASALONGA JOSSE; Percier, F-75008 Paris (FR).	8, aver	nue	,

- (54) Title: METHOD FOR THE FABRICATION OF TRANSPARENT DENSE GLASSES OBTAINED FROM SILICONE ALKOXYDES OR METAL ALKOXYDES BY THE SOL-GEL ROUTE, AND GLASSES OBTAINED ACCORDING TO SUCH METHOD
- (54) Titre: PROCEDE DE FABRICATION DE VERRES DENSES TRANSPARENTS OBTENUS A PARTIR D'ALCOXYDES DE SILICIUM OU DE METAL PAR VOIE SOL-GEL, ET VERRES OBTENUS SELON CE PROCEDE

## (57) Abstract

The present invention relates to a method for fabricating transparent dense glasses based on metal alkoxydes using the sol-gel route, comprising the following steps: A) a complete hydrolysis of a solution containing one or a plurality of particular metal alkoxydes is carried out in a solvent or a mixture of organic solvents of the alkoxyde(s) by using an aqueous acid solution with a pH lower than 3; the reaction medium does not contain any complexing agent for the metal present in the alkoxyde(s); B) the organic solvent(s) and the residual alcohols are removed, and the resulting solution is concentrated by distillation under primary vacuum conditions so as to obtain a sirupy sol having a concentration of 3-10 moles/l in metal or silicon atoms; C) the sol is appropriately conditioned for the intended application; D) gelling and air drying or drying in an inert atmosphere are carried out at a temperature lower than 70 °C; E) the glass may be air annealed or annealed in an inert atmosphere at a temperature lower than 500 °C.

## (57) Abrégé

La présente invention concerne un procédé de fabrication de verres denses transparents à base d'alcoxydes métalliques par voie solgel, comprenant les étapes suivantes: A) on réalise une hydrolyse complète d'une solution contenant un ou plusieurs alcoxydes métalliques particuliers, dans un solvant ou un mélange de solvants organiques du ou des alcoxydes par une solution aqueuse acide de pH inférieur à 3; le milieu réactionnel ne contenant pas d'agent complexant du métal présent dans le ou les alcoxydes; B) on élimine le ou les solvant(s) organique(s) et les alcools résiduels, et on concentre la solution obtenue par distillation sous vide primaire de façon a obtenir un sol sirupeux ayant une concentration de 3 à 10 moles/l en atomes métalliques ou de silicium; C) on met le sol sous une forme appropriée pour l'application envisagée; D) on effectue la gélification et le séchage à l'air ou sous atmosphère inerte à une température inférieure à 70 °C; E) le verre peut être recuit à l'air ou sous atmosphère inerte à une température inférieure à 500 °C.

;